

Rank(R)
R 1 OF 1

Database Mode
WPIL Page

XRAM Acc No: C87-046640

Coating compsn. forming corrosion-resistant electric insulation film comprises silicon cpd., alcohol, water, acid e.g. acetic or nitric acids etc., and inorganic oxide(s) e.g. silica, alumina, zirconia etc.

Index Terms: COATING COMPOSITION FORMING CORROSION RESISTANCE ELECTRIC INSULATE FILM; COMPRISE SILICON COMPOUND ALCOHOL WATER ACID ACETIC NITRIC ACID INORGANIC OXIDE SILICA ALUMINA ZIRCONIA

Patent Assignee: (ICHI/) ICHIKAWA Y

Number of Patents: 001

Patent Family:

| CC Number | Kind | Date | Week |
|-------------|------|--------|--------------|
| JP 62057470 | A | 870313 | 8716 (Basic) |

Priority Data (CC No Date): JP 85120573 (850605)

Abstract (Basic): JP 62057470

Compsn. comprises (pts wt) (a) silicon cpd of formula $\text{RSi}(\text{OR}')_3$ (R =hydrocarbon residue, R' =alkyl gp) 10-40, (b) alcohol 10-80, (c) water 10-80, (d) one of acetic acid, nitric acid, hydrochloric acid, formic acid, propionic acid or maleic acid 0.01-3 and (d) at least one of silica, titania, alumina, chromia, zirconia, silimite, synthetic mullite, zircon or silicon nitride which has particle size of 0.1-5 micron 5-60.

USE/ADVANTAGE - The compsn. is used for coating iron, stainless steel, aluminium, cement, glass, plastics etc. It is applied by normal painting method and gives 7-50 micron coating by single coating and 20-100 micron coating by double coating. Pinhole-free film is obtd. by drying coated layer at 80-300 deg.C 10-120 min.

In an example, corrosion-resistant coating compsn was prepd. by compounding, pts.wt., methyltrimethoxysilane 20, isopropyl-alcohol 19, drinking water 30, acetic acid 0.08, silica (1-1.5 micron), 25, titanium dioxide (0.5-1 micron), 5, non-ionic surfactant 1 and silane coupling agent 0.02. @(10pp Dwg.No.0/0)@

File Segment: CPI

Derwent Class: A82; E11; G02; M13;

Int Pat Class: C09D-003/82; C09D-005/08

Manual Codes (CPI/A-N): A06-A00E1; A12-B01C; A12-B04; A12-E01; E05-E02D; E10-C02F; E10-C04J; E10-C04L1; E10-E04L3; E31-B03D; E31-H05; E31-P02D; E31-P03; E31-P06D; E34-C02; E35-K02; E35-L; E35-P; G02-A01; G02-A05A; G02-A05B; G02-A05E; M14-K

Plasdoc Key Serials: 0231 1306 2607 2653 2654 2718 2726 2728 3267 2729 2737 3293

Polymer Fragment Codes (AM):

101 014 04- 05- 229 38- 443 445 47& 477 52& 541 545 57& 575 595 596 623 627 656

Chemical Fragment Codes (M3):

01 B414 B713 B720 B741 B831 M210 M211 M212 M213 M214 M215 M216 M220 M221 M222 M223 M224 M225 M226 M231 M232 M233 M250 M272 M281 M283 M320 M411 M510 M520 M530 M540 M620 M782 M903 M904 Q130 Q332 Q462 Q464 Q610 R043 8716-C5001-M

02 A313 A540 A940 B114 B701 B712 B720 B831 C108 C802 C803 C804 C805

(C)1997 DERWENT INFO LTD ALL RTS. RESERV.



C807 M411 M782 M903 M904 Q130 Q332 Q462 Q464 Q610 R043 R01949-M
R04923-M R09760-M

03 B114 B720 B730 B732 B833 C107 C800 C802 C803 C804 C806 C807 M411
M782 M903 M904 Q130 Q332 Q462 Q464 Q610 R043 R03124-M

04 A313 A422 A424 A540 A940 C108 C550 C730 C801 C802 C803 C804 C805
C807 M411 M782 M903 M904 M910 Q130 Q332 Q462 Q464 Q610 R043 R01521-M
R01544-M R01966-M R01933-M

05 B114 B702 B720 B831 C108 C800 C802 C803 C804 C805 C807 M411 M782
M903 M904 M910 Q130 Q332 Q462 Q464 Q610 R043 R01694-M

06 H7 H721 J0 J011 J012 J1 J171 J172 M210 M211 M212 M262 M280 M281
M312 M320 M321 M332 M342 M382 M391 M416 M620 M782 M903 M904 M910 Q130
Q332 Q462 Q464 Q610 R043 R00246-M R00247-M R00445-M R00901-M

07 C017 C100 C101 C730 C800 C801 C804 C805 C806 C807 M411 M782 M903
M904 M910 Q130 Q332 Q462 Q464 Q610 R043 R01704-M

08 C101 C108 C307 C510 C730 C800 C801 C802 C804 C807 M411 M782 M903
M904 M910 Q130 Q332 Q462 Q464 Q610 R043 R01724-M

09 H4 H401 H481 H8 M210 M211 M212 M213 M214 M215 M216 M220 M221 M222
M223 M224 M225 M226 M231 M232 M233 M272 M281 M320 M416 M620 M782 M903
M904 Q130 Q332 Q462 Q464 Q610 R043 8716-C5002-M

Derwent Registry Numbers: 0246-U; 0247-U; 0271-U; 0445-U; 0901-U; 1521-U;
1544-U; 1694-U; 1704-U; 1724-U; 1933-U; 1949-U; 1966-U

(C)1997 DERWENT INFO LTD ALL RTS. RESERV..



⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑪ 公開特許公報(A)

昭62-57470

⑫ Int.Cl.⁴

C 09 D

5/08
3/82
5/25

識別記号

庁内整理番号

6516-4J
6516-4J

⑬ 公開 昭和62年(1987)3月13日

審査請求 有 発明の数 1 (全10頁)

⑭ 発明の名称 耐熱・耐久性に優れた防食・電気絶縁膜を作るコーティング用組成物

⑮ 特 願 昭60-120573

⑯ 出 願 昭60(1985)6月5日

⑰ 発 明 者 市 川 好 男 茅ヶ崎市緑が浜2-35

⑱ 出 願 人 市 川 好 男 茅ヶ崎市緑が浜2-35

⑲ 代 理 人 弁理士 中嶋 一磨

明 細 書

1. 発明の名称

耐熱・耐久性に優れた防食・電気絶縁膜を作るコーティング用組成物

2. 特許請求の範囲

(a) 一般式 $RSi(OR')_3$ (但し、Rは炭化水素基、R'はアルキル基である) で表わされるケイ素化合物10~40重量部、

(b) アルコール10~80重量部、

(c) 水10~80重量部、

(d) 酢酸、硝酸、塩酸、蟻酸、プロピオン酸、マレイン酸のうちの一種を0.01~3重量部、

(e) 粒子径が5ミクロン以下の二酸化ケイ素(シリカ SiO_2)、酸化チタン(TiO_2)、酸化アルミニウム(アルミナ Al_2O_3)、酸化クロム(Cr_2O_3)、酸化ジルコニウム(ZrO_2)、シリマイト($Al_2O_3 \cdot SiO_2$)、合成ムライト($3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$)、

O_2)、ケイ酸ジルコニア(ジルコン $ZrO_2 \cdot SiO_2$)、窒化ケイ素(Si_3N_4)のうちの一種または二種以上の混合物5~60重量部、

からなることを特徴とする耐熱・耐久性に優れた防食・電気絶縁膜を作るコーティング用組成物。

3. 発明の詳細な説明

(発明の技術分野)

本発明は、鉄、ステンレス、アルミニウムその他の金属及びセメント、ガラス、プラスチックその他の基材の表面上に、耐熱性に優れた防食膜、電気絶縁膜を形成することができるコーティング用組成物に関する。

(発明の技術的背景とその問題点)

最近、種々の基材に適用可能で、しかも様々な条件下において優れた特性を発揮できるコーティング剤として、100μm以下の厚膜でピンホールレス状態になり、耐熱性・耐久性・耐蝕性・耐

湿性・耐食性及び硬度等の点において優れたものが求められている。即ち例えば、熱交換機のように酸による腐食が生じやすいものにあつては、耐熱性、耐食性の他に熱伝導性が要求され、またハイブリッドIC基板や積層基板には熱放出性の良好な絶縁膜が必要とされているため、コーティングの結果得られる被膜が薄膜であれば、熱伝導率や機械的強度の低下を招く恐れが無いばかりでなく、コストの面でも極めて有利である。

しかしながら、これまで十分満足できる特性を有したコーティング剤は開発されていない。例えば、エポキシ系樹脂・ゴム、フッ素系樹脂・ゴム、シリコン樹脂系などのコーティング剤、あるいはセラミック蒸着法(CVD法)、高温で焼結するガラスライニング法(PVD法)によるコーティング方法等があり、いずれも100μm以下の薄膜でピンホールレスの状態になり、防食、電気絶縁用として使用可能であるがいずれも一長一短を有している。即ち、エポキシ系のは耐熱性、耐久性、硬度の点で、フッ素系のは耐熱

性、硬度、作業性の点で、シリコン系は耐熱性の点でそれぞれ劣っている。また、蒸着法はコストが極めて高価となり、ガラスライニング法は高温での焼成が行われるために基材として使用できる材料の範囲が限定され、またコストが高くなるという問題をそれぞれ有している。

(発明の目的)

本発明は上記に鑑みてなされたものであり、本発明の第1の目的は基材の表面に塗布形成された薄膜を常温または低温加熱で、短時間かつ容易に乾燥することができ、しかも市販の放電式ピンホールテスターによる1000ボルトの放電テストに合格できる膜厚100μm以下のピンホールレス膜を形成するコーティング用組成物を提供することにある。

本発明の第2の目的は、アルミ、銅、鉄等の金属、ガラス、プラスチック、紙、木材その他あらゆる基材の表面に耐熱性、防湿性および電気絶縁性等を有した被膜を形成することができるコーテ

ィング用組成物を提供することにある。特に各種電子部品に適した熱伝導性の良好な電気絶縁性薄膜を形成できるコーティング用組成物に関する。

本発明の第3の目的は、耐熱性、耐湿性に優れ、水、海水、有機薬品及び殆どの種類の酸に対する防食性が強い、防食膜として広範囲の用途を有しているコーティング用組成物を提供することにある。

(発明の概要)

上記の目的を達成するため本発明は、

- (a) 一般式 $RSi(OR')$ 、(但し、Rは炭化水素基、R'はアルキル基である)で表わされるケイ素化合物10~40重量部、
- (b) アルコール10~80重量部、
- (c) 水10~80重量部、
- (d) 酢酸、硝酸、塩酸、蟻酸、プロピオン酸、マレイン酸のうちの一様を0.01~3重量部、
- (e) 粒子径が5ミクロン以下の二酸化ケイ素(シリカ SiO_2)、酸化チタン(TiO_2)、酸

化アルミニウム(アルミナ Al_2O_3)、酸化クロム(Cr_2O_3)、酸化ジルコニウム(ZrO_2)、シリマイト($Al_2O_3 \cdot SiO_2$)、合成ムライト($3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$)、ケイ酸ジルコニア(ジルコン $ZrO_2 \cdot SiO_2$)、窒化ケイ素(Si_3N_4)のうちの一様または二種以上の混合物5~60重量部、を混合して成るものである。

(発明の構成)

以下本発明の耐熱・耐久性に優れた防食・電気絶縁膜を作るコーティング用組成物について説明する。

本発明のコーティング用組成物は上記のように

- (a) 一般式 $RSi(OR')$ 、(但し、Rは炭化水素基、R'はアルキル基である)で表わされるケイ素化合物を10~40重量部、
- (b) アルコール10~80重量部、
- (c) 水10~80重量部、
- (d) 酢酸、硝酸、塩酸、蟻酸、プロピオン酸、マレイン酸のうちの一様を0.01~3重

を認。

(e) 粒子径が5ミクロン以下の二酸化ケイ素(シリカ SiO_2)、酸化チタン(TiO_2)、酸化アルミニウム(アルミナ Al_2O_3)、酸化クロム(Cr_2O_3)、酸化ジルコニウム(ZrO_2)、シリマイト($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$)、合成ムライト($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$)、ケイ酸ジルコニア(ジルコン $\text{ZrO}_2 \cdot \text{SiO}_2$)、窒化ケイ素(Si_3N_4)のうちの一種または二種以上の混合物を5~80重量部、

それぞれ混合した構成を有している。

上記(a)のケイ素化合物を示す一般式 $\text{RSi}(\text{OR}')_3$ のRは炭化水素基で、メチル、エチル、ブチルなどのアルキル基、あるいはビニルアリルなどの不飽和炭化水素基であり、R'はメチル、エチル、ブチルなどのアルキル基である。これらのうち、最適なのはメチルトリメトキシシランである。このケイ素化合物は結合剤として機能するものであり、水の存在下において加水分解を

起こしてゾルからゲルになり、常温で、あるいは加熱することによって硬化するものである。即ち、このケイ素化合物の添加量が少ない場合は硬度が小さくなって接着力が弱くなり、添加量が多い場合は硬度、密着力ともに増大する。一方、このケイ素化合物は加水分解してゲル化するため、添加量が少ない場合はコーティング用組成物の保存安定性が向上し、多い場合は低下する。10~40重量部という添加量は(b)~(e)の各構成要素との組合せ実験に基づいて選出されたものであり、このうち20~30重量部の範囲が最適である。

前記(b)のアルコールとしては低級脂肪族アルコールが適しており、特にイソプロピルアルコールが最適である。このアルコールは前記(e)を構成する微粒子の分散媒として機能するものであり、(a)のケイ素化合物が加水分解によってゲル化することを(e)の酸と(e)の微粒子との相乗効果によって防止するためのものである。

前記(c)の水としては水道水または蒸留水を

用い、通常は水道水で十分であるが、高純度のコーティング用組成物を必要とする場合は蒸留水を用いる。この水は(a)のケイ素化合物を加水分解するためのものであり、その添加量は(e)の微粒子の添加量との相対関係で決定されるが、両者の添加量にはできるだけ大きな差がつかないように調整するのが好ましい。

前記(d)の酢酸、硝酸、塩酸、蟻酸、プロピオン酸、マレイン酸の各酸は、本発明組成物調合後のゲル化の防止及び塗布後の硬化促進のために用いられるものであり、このなかでは酢酸が最適である。これらの酸はいずれも3重量部を超えると、調合後の組成物のゲル化を促進して保存安定性を低下させる。このため、添加量としては0.03~0.3重量部が最適である。

前記(e)の粒子状の各要素を5 μm 以下の微粒子としたのは、粒子径が5 μm を超えると薄膜でピンホールレス状態にすることが難しくなるからであり、また分散性が低下するからである。このため、最適の粒子径は0.1~1 μm の範囲で

ある。粒子径が0.01~0.05 μm の超微粒子は粘度を増大させるため使用量が8~15重量部に限定されるが、透明性を向上させることができる。特に、0.01~0.03 μm のケイ素の超微粒子を用いれば透明度の高いものを得ることができるが、保存安定性が低下するため数日でゲル化する。

また(e)の要素である二酸化ケイ素、酸化チタン、酸化アルミニウム、酸化クロム、酸化ジルコニウム、ケイ酸ジルコニア、シリマイト、合成ムライト、窒化ケイ素は、耐食性に優れている。これらは、用途によっては高純度のものが要求される。例えば、電気絶縁用として使用する場合にはアルカリ金属の混入を防ぐ必要がある。これはアルカリイオンを含んだ状態の組成物に電圧が印加されると、アルカリイオンが移動して導電性となり、電圧の印加を停止した後も絶縁状態に復帰できないからである。電圧を更に加え続けると、誘電破壊を生じる。これらの微粒子は15重量部以下においてはゲル化を促進して保存安定性を低下

させ、50～60重量部の範囲内では塗膜の硬度及び基材への密着性を低下させる。従って、20～45重量部の範囲が最適である。

また二酸化ケイ素を始めとする(e)の各微粒子は、それぞれ特有の特性を有しているため、前記の防食、絶縁以外の用途にも使用することができる。例えば、ケイ酸ジルコニアは単独で、または他の微粒子を加えることによって、遠赤外線領域における放射率が0.9前後またはそれ以上に向上するため、高効率の遠赤外線放射膜として利用することができる。また炭化ケイ素は、熱伝導率を向上させることができる。従って断熱性の良好な膜を得ようとする場合は炭化ケイ素以外のものを添加すれば良い。さらに黄色の酸化チタンや酸化クロム(緑色)を使うとカラー塗膜を形成することができる。

前記(a)～(e)の各要素からなるコーティング用組成物に市販のアルミナゾルを0.5～10重量部添加すると、組成物のゲル化が防止されると同時に分散性を向上させることができる。さ

らにノニオン、カチオン系の界面活性剤やシランカップリング剤或はチタンカップリング剤も分散性の向上に貢献するものである。

(発明の効果)

以上の構成を有するコーティング用組成物は、基材の表面に刷毛、スプレー、ディッピング等の塗装方法によって一回塗りで厚さ7～50μm、二回塗りで20～100μmの膜を形成することができ、これを80～300℃で10～120分間加熱乾燥することにより、いわゆるピンホールレスの膜を形成することができる。屋外構造物にコーティングを行う場合及び基材自体の性質によって加熱乾燥することができない場合には、48～148時間(7日間)常温乾燥することにより硬化させることができる。この場合、6時間以上経過していれば、雨等に濡れても乾燥効果上支障は生じない。

本発明のコーティング用組成物からなる被膜は耐熱性、耐蝕性に優れ、水、海水、有機薬品及び殆どの酸に対する防食性が強い。屋外構造物

の自然環境に対する防食から海洋構造物の海水に対する防食、さらには熱交換器や排ガス煙道などの酸露点防食、温水タンク及び薬品反応タンクの防食に至るまで広範囲な防食膜として使用することができるものである。

また膜厚が100μm以下の状態で耐熱性のピンホールレスの膜を形成できるため、アルミ、銅、鉄等の金属、ガラス、プラスチック、紙、木材その他あらゆる基材の表面に耐熱性、防湿性および電気絶縁性等に優れた被膜を形成することができる。本発明によって形成される膜は薄膜であるためセラミックス一般の特徴である熱伝導性の悪さが全く問題にならない。このため各種電子部品用コーティング剤としては最も理想的な熱伝導性の良好な電気絶縁性被膜を形成することができる。とくに本発明の構成要素(e)のうちの炭化ケイ素を用いれば熱伝導性をさらに向上させることができる。本発明の特徴を要約すると次の通りである。

(1) 20～100μmの薄膜でピンホールレス

状態にすることができるため、高気密性で硬質の被膜を得ることができる。

(2) 耐熱・耐蝕性であって、耐水、耐海水、耐有機溶剤、耐酸性等の種々の特性に優れているため防食膜としての用途が広範囲である。

(3) アルカリ金属その他の不純物を含まない高純度のコーティング剤を得ることができるため、電気絶縁膜としての応用範囲が多方面に及んでいる。

(4) 金属を始めとしガラス、セラミックス、セメント、繊維、紙、プラスチック(テフロン、ポリエチレン、ポリプロピレン等の官能基を有しないものを除く)等、殆ど全ての材料に対する使用が可能である。

(5) 取扱性が優れており、作業性の向上を図ることができる。即ち、下地処理は簡単な脱脂のみで十分であり、常温で塗布し、80～300℃、10～120分間の加熱で硬化させることができる。基材の材質或は場所的条件によって加熱乾燥が不可能な場合は2～7日間の常温乾燥だけで硬

化させることもできる。

(6) 水を含んだ加水分解型の組成物であるにも拘らず長期間ゲル化せずに安定性を保持することができるため、3ヶ月以上の保存性を確保することができる。

(7) 構成要素(e)としてケイ酸ジルコニアを使用すると、遠赤外線領域における放射率を高くすることができる。

(8) 透明な膜は勿論、カラー膜を形成することもできる。

つぎに本発明を実施例により説明する。

実施例(1)

融露点(例えば硫黄分を含む重油の燃焼ガスが結露によって生ずる水と反応して硫酸になり金属を腐食させる現象に対する防食膜としての性能を調べるため第1表に示すようなA・B・C3種類の組成物例を作った。

した。これらを用いて仕様1に示す方法でテストピースを作成した。

仕 様 1

| テストピースの名称 | A-1 | B-1 | C-1 | A-2 | B-2 | C-2 |
|------------------|--------------------------------------------------|-----|-----|-----|-----|-----|
| 使用した第1表 の組成物例 | A | B | C | A | B | C |
| 下地処理の方法 | サンドブラ リン酸 スト処理 亜鉛処理 | | | | | |

塗装方法上の表に従いエアスプレーを用いてテストピース全面に塗装した。

1回目 約30 μ m(乾燥時の膜厚)塗布し常温にて24時間乾燥した。

2回目 約40 μ m塗布し常温にて24時間乾燥した。

3回目 同じく40 μ m塗布し24時間乾燥した。

4回目 約40 μ m塗布し、1時間の常温乾燥後100℃で30分更に130℃で30分加熱した。

これら各鋼板に対して放電式ピンホールテスト

第 1 表 (重量部)

| 組 成 物 | A | B | C |
|----------------------|------|------|------|
| (a) メチルトリメト キシシラン | 20 | 25 | 30 |
| (b) イソプロピル アルコール | 19 | 18 | 17 |
| (c) 水(水道水) | 30 | 16 | 20 |
| (d) 酢 酸 | 0.08 | 0.04 | 0.05 |
| (e) 二酸化ケイ素 | 25 | 15 | |

(粒子径1~15 μ m)

酸化チタン(〃0.5~1 μ m) 5

酸化クロム(〃1~3 μ m) 25

窒化ケイ素(〃0.5~1 μ m) 32

(f) アルミナゾル(AI₂O₃分20%) 3

ノニオン系界面活性剤 1 0.5 1

シランカップリング剤 0.02

合 計 100.1 100.54 100.65

つぎに100×50×10mmサイズの鋼板(S45C)を6枚用意し、これらの全ての角を削るとともに、シャープエッジを無くし丸味を出

す(市販のもの)を用いて2000ボルトで放電を行ない、ピンホールの有無を調べたところ、B-1とA-Bにピンホールが認められたので前記塗装方法の1回目と4回目を繰返す作業を行なった。

その後再度テストを行なったところピンホールが無いことを確認した。

仕様1によりでき上ったテストピースで各種のテストをしたのでその試験結果を第2表に示す。

第 2 表

| 試験項目 | 試験条件 |
|-------|--------------------------------|
| 硬 度 | 鉛筆硬度(JIS法) |
| 接着性① | セロテープ剥離テスト |
| ② | 引張強度(JIS法) |
| 耐熱性 | 電気炉で500℃で240時間保持し自然放冷した。 |
| 冷 熱 | 500℃で常温(送風により強制冷却)の繰返しを20回行った。 |
| サイクル性 | |
| 耐塩水性 | 4%食塩水を480時間噴霧した。 |

耐沸騰性 水性水道水で120時間煮沸した。

- 耐酸性
- ① 10%硫酸液に80日浸漬した。
 - ② 10%硫酸液に80日浸漬中8時間づつ10回70℃に加熱した。
 - ③ 35%硫酸液に80日浸漬した。
 - ④ 60%硫酸液に80日浸漬した。
 - ⑤ 10%塩酸液に80日浸漬した。
 - ⑥ 30%塩酸液に80日浸漬した。

| 試験結果 | A-1 | B-1 | C-1 | A-2 | B-2 | C-2 |
|---------|---------------------|---------------------|---------------------|---------------------|---------------------|---------------------|
| 硬 度 | 8H | 5H | 8H | 5H | 4H | 8H |
| 密着性① | 全て剥離せず | | | | | |
| " ② | 84N/cm ² | 60N/cm ² | 50N/cm ² | 70N/cm ² | 60N/cm ² | 50N/cm ² |
| 耐熱性 | 全て異常なし | | | | | |
| 冷熱サイクル性 | " | | | | | |
| 耐塩水性 | " | | | | | |
| 耐沸騰水性 | " | | | | | |
| 耐酸性①④ | " | | | | | |
| " ②⑤ | " | | | | | |
| " ③⑥ | " | | | | | |

| | |
|-----------------------|---------------------|
| 炭化ケイ素 (〃0.3 ~ 0.8 μm) | 25 |
| (b) アルミナゾル | 3 2 |
| カチオン系界面活性剤 | 1 0.3 |
| ノニオン系界面活性剤 | 0.3 |
| 合 計 | 100.05 100.04 100.8 |

仕 様 2

| テストピースの名称 | D-1 | E-1 | F-1 | D-2 | E-2 | F-2 |
|--------------|---------|-----|-----|-----|-----|-----|
| 使用した第3表の組成物例 | D | E | F | D | E | F |
| テストピースの種類 | アルミニウム板 | | | 銅 板 | | |

下地処理の方法 市販のアルカリ脱脂剤（水溶液 PH11）を用いて脱脂した。

塗装の方法 上の表に従いエアースプレーを用いてテストピースの片面に塗装を行った。

1 回目 約20 μm（乾燥時の膜厚）塗布し直ちに120℃で20分加熱した。

実施例(2)

電気絶縁膜としての性能を調べるため第3表に示すD、E、F3種類の組成物例を作り、50×50×1mmサイズのアルミニウム板3枚と銅板3枚を用意し仕様2の方法でテストピースを作成した。

第 3 表 (重量部)

| 組成物 | D | E | F |
|-----------------------------------|------|------|------|
| (a) メチルトリメトキシシラン | 20 | 27 | 25 |
| (b) イソプロピルアルコール | 25 | 20 | 25 |
| (c) 水（水道水） | 32 | 20 | 25 |
| (d) 酢酸 | 0.05 | 0.04 | 0.02 |
| (e) 酸化アルミニウム (粒子径0.3 ~ 0.8 μm) | | | |
| ケイ酸 (〃1 ~ 3 μm) | | 25 | |
| ジルコニア | | | |
| 二酸化ケイ素 (〃1 ~ 1.5 μm) | | 5 | |

2 回目 同じく約20 μm塗布し直ちに120℃で20分加熱した。

3 回目 約20 μm塗布し直ちに120℃で30分加熱した。

仕様2によりでき上ったテストピースで電気絶縁性に関するテストをしたのでその結果を第4表に示す。

第 4 表

| 試験項目 | 試験条件 | D-1 | E-1 | F-1 | D-2 | E-2 | F-2 |
|------|--------------|--------------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|
| 硬 度 | 鉛筆硬度 (JIS 法) | 7H | 8H | 7H | 7H | 7H | 8H |
| 密着性① | セロテープ剥離テスト | 全て剥離せず | | | | | |
| ② | 引張強度 (JIS 法) | 全て80~80kg/m ² | | | | | |
| 耐熱性 | 500℃で24時間保持 | 全て異常なし | | | | | |
| 体積低減 | Q-cm (JIS 法) | 10 ¹¹ | 10 ¹⁵ | 10 ¹⁴ | 10 ¹¹ | 10 ¹⁴ | 10 ¹⁵ |
| 絶縁破壊 | kV/mm | 17 | 20 | 20 | 15 | 24 | 21 |

の強さ (JIS 法)

実施例 (3)

透明な膜のある硬い膜を作るための組成例 G を第 5 表に示す。

第 5 表

| 組成物 | G (重量部) |
|-------------------------------------------|---------|
| (a) メチルトリメトキシシラン | 25 |
| (b) イソプロピルアルコール | 28 |
| (c) 水 (水道水) | 40 |
| (d) 塩酸 | 0.03 |
| (e) 二酸化ケイ素 (粒子径 0.01~0.03 μm) | 7 |
| (f) 酸化ナトリウム | 0.01 |
| 合 計 | 100.04 |

この組成例 G の性能を調べるため 75×75×3 mm の透明なアクリル板と 50×50×1 mm の銅板 (S45C)、更に第 1 表の組成例で仕様 1 により作成したテストピース A-2 の 3 種類に

| | | | | |
|--------|--------------------------|-----------|---|---|
| 水性耐蒸気性 | 120 時間煮沸沸騰性の蒸気に 120 時間曝す | 剥離した | " | " |
| 外 観 | 目 視 | つやのある透明な膜 | | |

実施例 (4)

鋼鉄性屋外構造物の自然環境による腐食の防止および化銹性などを調べるため第 7 表に示す H・I 2 種類の組成物例を作った。

第 7 表

| 組成物 | (重量部) | |
|--------------------------------------|-------|-----|
| | H | I |
| (a) メチルトリメトキシシラン | 25 | 30 |
| (b) イソプロピルアルコール | 18 | 25 |
| (c) 水 (水道水) | 18 | 22 |
| (d) 酢 酸 | 0.2 | 0.2 |
| (e) 酸化チタン (粒子径 1~1.5 μm) | 5 | 2.5 |

対してつぎに示す仕様 3 の方法で塗装を行った。

仕 様 3

スプレーによりそれぞれアクリル板 銅板 仕様 1 の A-2 ぞれ 1 回宛塗布した。

| 加熱方法 (°C/分) | 80/90 | 200/30 | 250/30 |
|-------------|-------|--------|--------|
| 膜 厚 | 3 | 4 | 2 |

仕様ででき上ったテストピースの性能は第 6 表の通りである。

第 6 表

| 試験項目 | 試験条件 | アクリル板 | 銅板 | 仕様 1 の A-2 |
|------|--------------|-------|------|------------|
| 硬 度 | 鉛筆硬度 (JIS 法) | 3 H | 8 H | 7 H |
| 密着性 | セロテープ剥離テスト | 異常なし | 異常なし | 異常なし |
| 耐水性 | 水道水 90 日間浸漬 | " | " | " |
| 耐沸騰 | 水道水で | " | " | " |

| | | |
|-----------------------------------|-------|-------|
| ケイ酸ジルコニア (粒子径 1~3 μm) | 35 | 17.5 |
| (f) アルミナゾル | | |
| ノニオン界面活性剤 | 0.5 | |
| カチオン界面活性剤 | 1 | 0.5 |
| 合 計 | 100.7 | 100.7 |

つぎに 100×50×10 mm サイズの銅板 (S45C) を 6 枚用意しこれの全ての角を削りシャープエッジを無くして丸味を出した。これらを用いてつぎの仕様 4 に示す方法でテストピースを作成した。

仕 様 4

下地処理 市販のアルカリ脱脂剤を用いて脱脂した。

塗装方法 テストピース全面にエアースプレーで塗装した。

1 回目 第 7 表の組成物例 H を約 30 μm (乾燥時の膜厚) 塗布し屋外に 24 時間放置した。

- 2 回目 同じくHを約40 μ m塗布し屋外に24時間放置した。
- 3 回目 第7表の組成物例Iを約20 μ m塗布し120時間屋外に放置した。この間約18時間経過後から約4時間その他3回約18時間雨に濡れた。

仕様4によりでき上ったテストピース5枚により(1枚は色相を比較するため残した。)各種のテストをしたのでその試験結果を第8表に示す。

第 8 表

| 試験項目 | 試験条件 | 試験結果 |
|----------------|------------------|----------------------|
| 硬 度 | 鉛筆硬度(JIS法) | 5H |
| 密着性①セロテープ剥離テスト | | 剥離せず |
| | ②引張強度(JIS法) | 60kg/cm ² |
| 耐水性 | 水浸水60日間 | 異常なし |
| 耐塩水性 | 4%食塩水60日間 | " |
| " | 4%食塩水噴霧960時間 | " |
| 耐候性 | 耐候試験(JIS法)1000時間 | " |

耐熱性 500℃で120時間保持 "

耐色性 上記の耐水性～耐熱性5枚の 変化なし
テスト後における色相を目視によりテスト

以上のごとく本発明の耐熱性、耐久性の防食膜、電気絶縁膜その他の被膜膜を作るコーティング用組成物は優れた特性を有し産業利用上非常に有効なものであるとすることができる。

特 許 補 正 書

昭和60年6月2/日

特許庁官 志 賀 学 殿

- 1 事件の表示 昭和60年6月5日提出の特許願
昭和60年特許願第 号
- 2 発明の名称 耐熱・耐久性に優れた防食・電気絶縁膜を作るコーティング用組成物
- 3 補正をする者 事件との関係 特許出願人
住所 神奈川県茅ヶ崎市緑ヶ丘2-35
氏名 市 川 好 男
- 4 代理人 〒105
住所 東京都港区西新橋1-8-21
大和銀行虎ノ門ビル7階
氏名 (0000)弁護士 中 嶋 一
- 5 補正命令の日付 日 月 年
- 6 補正の対象 明細書の特許請求の範囲、発明の詳細な説明の各欄。

7 補正の内容

- (1) 別紙のとおり特許請求の範囲を訂正する。
- (2) 明細書第5頁18行目の記載及び同7頁2行目の記載「(e) 粒子径が \sim ケイ素」を「(e) 平均粒子径が5ミクロン以下0.1ミクロン以上の二酸化ケイ素」と訂正する。
- (3) 同8頁3行目、7頁8行目、10頁10行目の「シリマイト」を「シリマナイト」と訂正する。
- (4) 同10頁1行～7行目の記載「粒子径が、……ゲル化する。」を削除する。
- (5) 同23頁2行～25頁5行目までの記載「実施例(3)……つやのある透明な膜」を削除する。
- (6) 同25頁8行目の「実施例(4)」を「実施例(3)」と訂正する。

8 添付書類の目録
特許請求の範囲

1通

方式
審査

特許請求の範囲

手 続 補 正 書

昭和61年9月2日

特許庁官 黒 田 明 雄 殿

- (a) 一般式 $RSi(OR')_3$ (但し、Rは炭化水素基、R'はアルキル基である) で表されるケイ素化合物10~40重量部、
- (b) アルコール10~80重量部、
- (c) 水10~80重量部、
- (d) 酢酸、硝酸、塩酸、蟻酸、プロピオン酸、マレイン酸のうちの一様を0.01~3重量部、
- (e) 平均粒子径が5ミクロン以下0.1ミクロン以上の二酸化ケイ素(シリカ SiO_2)、酸化チタン(TiO_2)、酸化アルミニウム(アルミナ Al_2O_3)、酸化クロム(Cr_2O_3)、酸化ジルコニウム(ZrO_2)、シリマナイト($Al_2O_3 \cdot SiO_2$)、合成ムライト($3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$)、ケイ酸ジルコニア($ZrO_2 \cdot SiO_2$)、窒化ケイ素(Si_3N_4)のうちの一様または二種以上の混合物5~80重量部、
- からなることを特徴とする耐熱・耐久性に優れた防食・電気絶縁膜を作るコーティング用組成物。

1 事件の表示

昭和60年特許願第120573号

2 発明の名称

耐熱・耐久性に優れた防食・電気絶縁膜を作るコーティング用組成物

3 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住所 神奈川県茅ヶ崎市緑ヶ浜2-35

氏名 市 川 好 男

4 代理人 〒105

住所 東京都港区西新橋1-6-21

大和銀行虎ノ門ビル7階

氏名 (8088)弁理士 中 嶋 一

5 補正命令の日付

日 免

6 補正の対象

明細書の発明の詳細な説明の欄。

7 補正の内容

- (1) 明細書第10頁15行目、17行目の「印加」を「付加」に訂正する。
- (2) 同第11頁11行目~14行目の「また炭化ケイ素は~添加すれば良い。」を削除する。
- (3) 同第11頁18行目~19行目の「0.5~10重量部」を「1~20重量部」に訂正する。
- (4) 同第12頁1行目の「ノニオン」の前に「超微粒子状のアルミナ、シリカ、チタニアなどまた」を挿入する。
- (5) 同第12頁1行目「ノニオン、カチオン系」を「ノニオン系」に訂正する。
- (6) 同第12頁3行目の後に次に文を挿入する。
- 「本発明の組成物を調製するに際しては、例えばメチルトリメトキシシランにアルコール、水及び酸を加え、これに(e)成分を加えて一度に混合してもよいし、また

(b)~(e)成分を混合し、使用に際してメチルトリメトキシシランを加え、3~20時間熟成したものでもよい。この混合液は高速攪拌機、ボールミルその他の分散機により均一な安定性の良い分散液とすることができる。」。

- (7) 同第13頁13行目の「全く」を「殆んど」に訂正する。
- (8) 同第13頁18行目~18行目の「とくに~ことができる」を削除する。
- (9) 同第15頁4行目~5行目の「確保することができる」を「確保することでもできる」に訂正する。
- (10) 同第15頁6行目「ケイ酸ジルコニアを」の後に「主に」を挿入する。
- (11) 同第15頁9行目の「透明な膜は勿論、」を削除する。
- (12) 同第15頁14行目の「生ずる水を」を「生ずる水と」に訂正する。
- (13) 同第19頁1行目の「耐沸騰性」の「性」を

削除する。

- (14) 同第20頁第2段「(6) 酸化アルミニウム」のD列に「20」を挿入する。
- (15) 同第20頁17行目「ケイ酸」の後に「ジルコニア」を挿入する。
- (16) 同第20頁18行目の「ジルコニア」を削除する。
- (17) 同第21頁1行目の「炭化ケイ素」を「窒化ケイ素」に訂正する。
- (18) 同第21頁3行目を削除する。
- (19) 同第21頁4行目の「0.3」の前に「1」を挿入する。同じく5行目の「100.8」を「100.5」に訂正する。
- (20) 同第26頁5行目を削除する。
同じく6行目の「100.7 100.7」を「99.7 100.2」に訂正する。